บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ของบริษัท Fluka ความบริสุทธิ์ 98.5%
2. เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) ของบริษัท Riedel – de Haën ความบริสุทธิ์ 99%
3. ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) ของบริษัท Riedel – de Haën ความบริสุทธิ์ 99%
4. ยูเรีย ($CO(NH_2)_2$) ของบริษัท Fluka ความบริสุทธิ์ 99%
5. สารละลายเอทานอล 95% และ 99%
6. ซิลิโคนออย ของบริษัท Fluka
7. ไนโตรเจนเหลว

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. เครื่องชั่งสารแบบละเอียด satorius AG GOTTINGEN type Fabr - Nr (ควบคุมการทำงานด้วยวงจรอิเล็กทริกส์) ใช้ชั่งมวลได้มากที่สุดไม่เกิน 310 กรัม โดยมีความละเอียดถึง 0.0001 กรัม
2. กระดาษฟอยล์
3. ช้อนตักสาร
4. ขวดพลาสติกสำหรับผสมสาร ทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิท ขนาด 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
5. เม็ดบด (milling media) รูปทรงกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิเมตร ประมาณ 2 กิโลกรัม (700 เม็ด)
6. เครื่องผสมสารแบบบดย่อยแบบลูกบอล (ball milling) มีลักษณะเป็นแกนเหล็ก 2 แกน วางตามแนวราบ ใช้มอเตอร์ประเภท single phase induction motor เป็นตัวขับแกนหลัก
7. บีกเกอร์ขนาด 1000 ซีซี
8. ตะแกรงลวดสำหรับกรองแยกเม็ดบดออกจากสารละลาย
9. แผ่นร้อน (hot plate)

10. เครื่องคนแม่เหล็ก (magnetic stirrer)

11. ตู้อบสาร memmert D 06057 Model 100 อุณหภูมิสูงที่สุดในการอบสาร 200°C

12. ครกบดสารทำด้วยหินโมทาร์ (agate motar)

13. ตะแกรงลวดสำหรับร่อนสารเพื่อให้เกิดการกระจายตัว

14. เครื่องอัดเม็ดสาร

13. เบ้า (crucible) อะลูมินา พร้อมฝาปิด

14. เตาเผาสาร CARBOLITE Model STF 15/75/450 อุณหภูมิสูงที่สุดในการเผา 1,500°C

15. ลวดเงินขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 mm สำหรับทำขั้วเซรามิก (4 m)

16. กาวเงินสำหรับทำขั้วเม็ดเซรามิก

วิธีการทดลอง

1. การเตรียมผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

$$BaCO_{3(s)} + xZrO_{2(s)} + (1-x)TiO_{2(s)} \rightarrow Ba(Zr_xTi_{1-x})O_{3(s)} + CO_{3(g)}$$

เมื่อ x=0.20, 0.25 และ 0.30

1.1 นำสารตั้งต้นคือ แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$), เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2), ไททาเนียมออกไซด์ (TiO_2) อบในตู้อบให้แห้ง โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 120°C และทำการชั่งสารทั้งสามตามอัตราส่วนโดยโมลดังสมการ

1.2 นำสารที่ชั่งได้ในข้อ 1.1 มาผสมกันในขวดพลาสติกขนาด 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่บรรจุเม็ดบดประมาณ 700 เม็ด (หรือประมาณครึ่งหนึ่งของขวดพลาสติก) หลังจากนั้นเติมเอทานอล 99% ประมาณ 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร (หรือให้ระดับของของเหลวท่วมเม็ดบด) ปิดฝาให้แน่นสนิทแล้วพันด้วยเทปกาว จากนั้นนำไปวางบนเครื่องบดย่อยแบบลูกบอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

1.3 แยกสารที่ผสมเข้ากันดีแล้วออกจากเม็ดบอลด้วยตะแกรงลวด ฉีดล้างเม็ดบอลและขวดพลาสติกด้วยเอทานอล 99 % และทำให้แห้งด้วยแผ่นร้อนจากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 120° C เป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง

1.4 นำสารที่แห้งแล้วมาบดด้วยครกจากนั้นนำผงสารที่ได้มาทำการร่อนเพื่อให้เกิดการกระจายตัว

1.5 นำผงสารที่ได้ในข้อ 1.4 ใส่ในเบ้าอะลูมินา ปิดฝาและนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800, 1,000, 1200, 1250 และ 1350° C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้น - ลงของอุณหภูมิเป็น 5° C / นาที

1.6 นำผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ โครงสร้างทางจุลภาคและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2. การเตรียมผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตด้วยวิธีการเผาไหม้

2.1 ทำเช่นเดียวกันกับข้อ 1.1 – 1.4

2.2 บดเม็ดยูเรียให้ละเอียด และนำมาผสมกับผงสารที่ได้ โดยอัตราส่วนของยูเรียกับผงสารเป็น 2 : 1

2.3 นำสารที่ได้มาบดด้วยครกให้ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน ประมาณ 20 นาที จากนั้นทำการร่อนด้วยตะแกรงลวดเพื่อให้ผงเกิดการกระจายตัว

2.4 นำผลสารที่ละเอียดใส่ในเบ้าอะลูมินา นำไปเผาแคลไซน์โดยไม่ปิดฝาที่อุณหภูมิ 600, 700, 750, 800, 850 และ 900°C โดยใช้อัตราการขึ้นของอุณหภูมิ เป็น 2°C/นาที จนกระทั่งอุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 300°C หลังจากนั้นเพิ่มอัตราการขึ้น - ลงของอุณหภูมิเป็น 5°C/ นาที และเผาแช่ที่อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

2.5 นำผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ โครงสร้างทางจุลภาคและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3. การเตรียมเซรามิกแบเรียมเซอร์เนตไททาเนตด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง

3.1 นำผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่ได้จากการเผาแคลไซน์ผสมกับตัวยึด (binder) แล้วบดให้เข้ากันด้วยเครื่องบดย่อยแบบลูกบอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2 ทำสารให้แห้งด้วยแผ่นร้อน จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 120°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3 นำสารที่แห้งแล้วมาบดด้วยครก และทำการร่อนอีกครั้งเพื่อให้ผงเกิดการกระจายตัว

3.4 นำผงที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูปโดยให้ความดันที่ 40 MPa เป็นเวลา 30 วินาที จะได้เม็ดแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 มิลลิเมตร โดยแต่ละเม็ดจะใช้ผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต 1.75 กรัม

3.5 นำชิ้นงานที่ขึ้นรูปแล้ว (green body) ใส่ในเบ้าอะลูมินาที่บรรจุผงอะลูมินา โดยให้ชิ้นงานอยู่ในผงอะลูมินา จากนั้นปิดฝาและนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,400, 1,450, 1,500, 1,550 และ 1,600°C โดยใช้อัตราการขึ้นของอุณหภูมิเป็น 1°C / นาที จนกระทั่งอุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 600°C หลังจากนั้นเปลี่ยนอัตราการขึ้น - ลงอุณหภูมิเป็น 5°C / นาที และเผาแช่ที่อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.6 นำเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ โครงสร้างทางจุลภาคและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.7 นำเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตไปวัดค่าความหนาแน่น ค่าความหดตัวเชิงเส้น และค่าคงตัวไดอิเล็กทริก

4. การเตรียมเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตด้วยวิธีการเผาไหม้

4.1 นำผงแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ผสมกับตัวยึดแล้วบดให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยครก

4.2 ทำวิธีการเช่นเดียวกันกับข้อ 3.4 – 3.5 แต่ทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,250, 1,300, 1,350 และ 1,400°C

4.3 นำเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ โครงสร้างทางจุลภาคและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.4 นำเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตไปวัดค่าความหนาแน่น ค่าความหดตัวเชิงเส้น และค่าคงตัวไดอิเล็กทริก

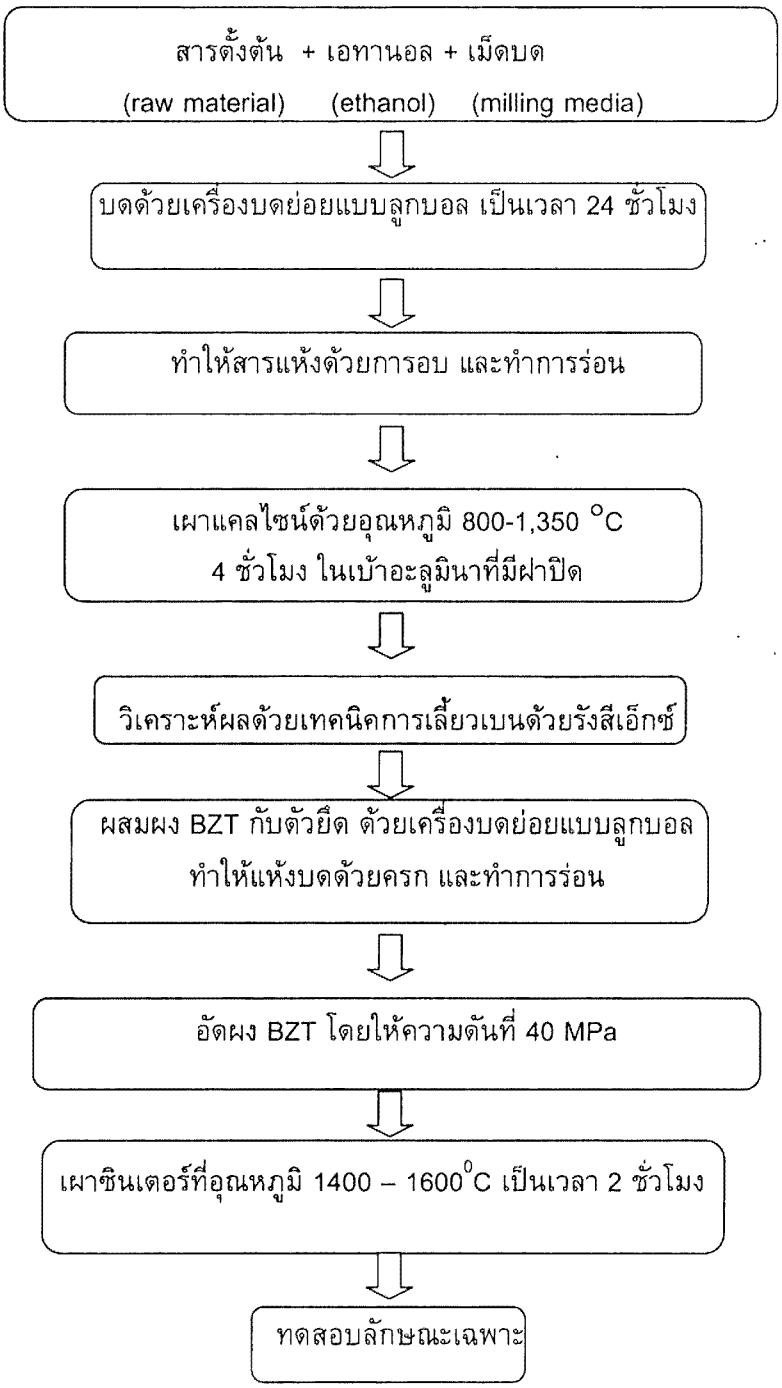
เทคนิคในการวิเคราะห์

การเตรียมผงผลึกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต ($Ba(Zr_xTi_{1-x})O_3$ ที่ x=0.20 0.25 และ 0.30; BZT20 BZT25 และ BZT30) โดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็งและวิธีการเผาไหม้ แสดงดังภาพ 23 และ 24 การกำหนดช่วงอุณหภูมิแคลไซน์สามารถทำได้โดยอาศัยการวิเคราะห์เชิงความร้อนด้วยเทคนิค DTA และ TGA ของบริษัท PerkinElmer รุ่น DTA7 และ TGA7 โดยใช้ช่วงอุณหภูมิการทดสอบ 50 - 1,300°C และมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 10^0/ นาที

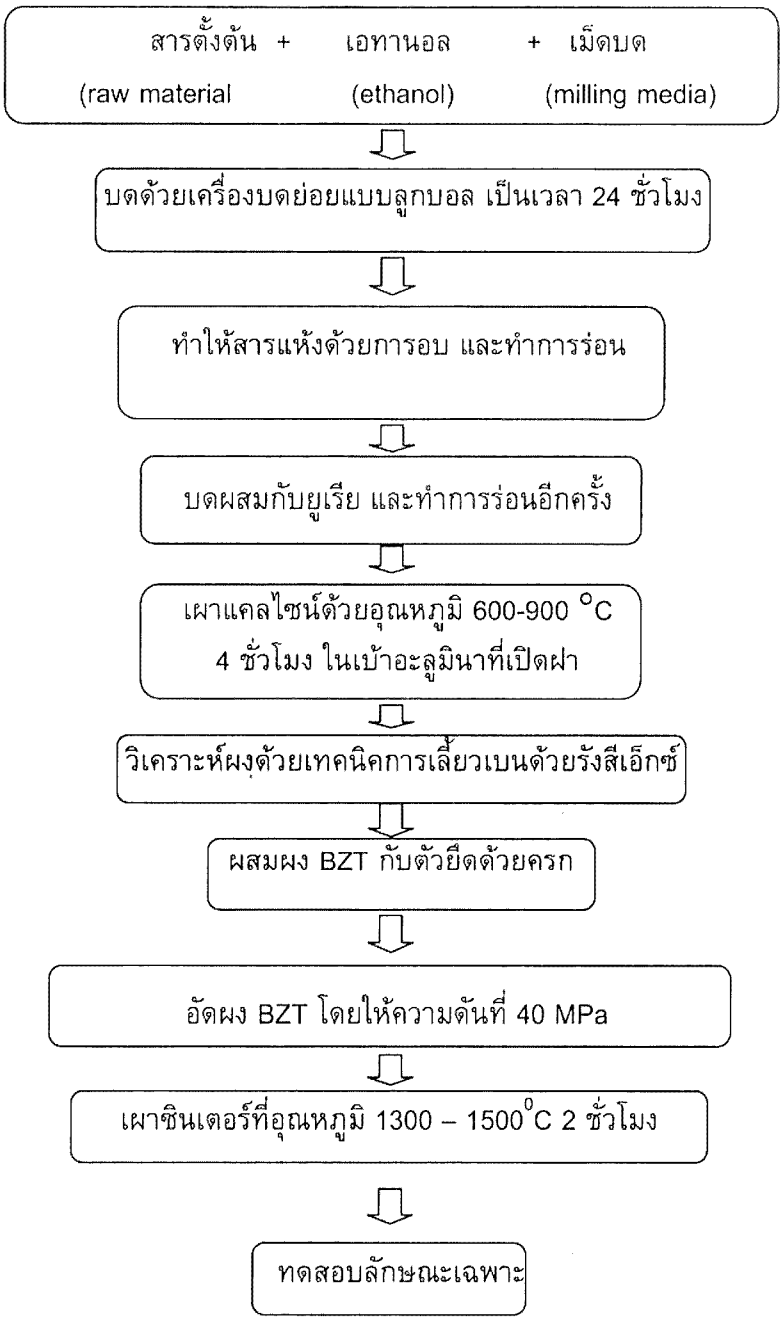
ผงผลึกและเซรามิกที่ได้จากการแคลไซน์และซินเตอร์จะถูกนำไปวิเคราะห์โครงสร้างเฟสด้วยเครื่อง XRD ของบริษัท Phillip รุ่น PW3040/60 X'Pert Pro โดยมี step/size เป็น

0.02 ความเร็วเป็น 0.5 วินาที จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ได้นำมาคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์ เพอรอฟสไกต์เฟส และแลตทิซพารามิเตอร์ a เฉลี่ย โดยใช้มุมที่ระนาบ 001 และ 002 จากนั้นตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของบริษัท LEO รุ่น 1455 VP โดยทำการถ่ายภาพ ผงผลึกและเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตในทุกตัวอย่างที่กำลังขยาย 3,000 - 7,000 เท่า และ 100 - 3,000 เท่า และเลือกหนึ่งภาพเพื่อหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยและขนาดเกรนเฉลี่ย โดยหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคจำนวน 300 อนุภาคต่อหนึ่งภาพ และหาขนาดเกรนเฉลี่ยด้วยวิธี linear intercept โดยใช้จำนวนเส้น 20 เส้นต่อหนึ่งภาพ

จากนั้นศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิกที่เตรียมได้ ด้วยการวัดค่าความหนาแน่นโดยอาศัยหลักการของอาร์คิมีดีสและวัดค่าความหดตัวเชิงเส้น โดยทำการวัดและหาค่าเฉลี่ยจาก เซรามิกจำนวน 3 เม็ด ในแต่ละปริมาณเซอร์โคเนียมและอุณหภูมิซินเตอร์ และเลือกเซรามิกที่มีความหนาแน่นสูงที่สุดมาทำขั้ว โดยใช้กาวเงินทาทั้งสองด้านของเม็ดเซรามิกทำขั้วด้วยลวดเงินและนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500°C เพื่อทำการวัดความจุไฟฟ้าด้วยเครื่อง LCR meter ของบริษัท Agilent รุ่น 4263B โดยทำการวัดที่อุณหภูมิตั้งแต่ -170-120°C จากนั้นนำค่าความจุไฟฟ้าที่ได้มาคำนวณหาค่าคงตัวไดอิเล็กทริก



ภาพ 23 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนต
โดยวิธีการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง



ภาพ 24 ขั้นตอนการเตรียมเซรามิกแบเรียมเซอร์โคเนตไททาเนตโดยวิธีการเผาไหม้